

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

#2

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年11月16日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-349583

出 願 人

Applicant(s):

信越化学工業株式会社



2001年 8月24日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及川耕造

出証番号 出証特2001-3075935

【書類名】 特許願

【整理番号】 2000-0376

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C03B 37/018

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社 群馬事業所内

【氏名】 神尾 剛

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社 群馬事業所内

【氏名】 吉田 真

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100062823

【弁理士】

【氏名又は名称】 山本 亮一

【電話番号】 03-3270-0858

【選任した代理人】

【識別番号】 100093735

【弁理士】

【氏名又は名称】 荒井 鐘司

【選任した代理人】

【識別番号】 100105429

【弁理士】

【氏名又は名称】 河野 尚孝

【電話番号】 03-3270-0858

【選任した代理人】

【識別番号】 100108143

【弁理士】

【氏名又は名称】 嶋崎 英一郎

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 006161

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0006623

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 光ファイバ用ガラス母材の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 光ファイバ用多孔質ガラス母材を脱水ガス及び／又は不活性ガスの混合ガス雰囲気中で回転させながら円筒状のヒータ内で加熱し、脱水、焼結・ガラス化を行う光ファイバ用ガラス母材の製造方法において、該多孔質ガラス母材の外径  $d$  と該ヒータの内径  $D$  との比が  $0.5 \leq d/D \leq 0.9$  であることを特徴とする光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【請求項 2】 前記多孔質ガラス母材の外径  $d$  とヒータの全長  $L$  との比が  $0.5 \leq d/L \leq 0.9$  である請求項 1 に記載の光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【請求項 3】 前記ヒータの内側に炉芯管を備えた加熱装置内で脱水、焼結・ガラス化を行う請求項 1 又は 2 に記載の光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、光ファイバ用多孔質ガラス母材を脱水し、焼結・ガラス化を行って光ファイバ用に好適なガラス母材を得る光ファイバ用ガラス母材の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

主として通信に用いられる光ファイバは、外付け CVD 法により原料ガスを火炎加水分解反応させて生成したガラス微粒子を出発部材に堆積させて多孔質ガラス母材を製造し、得られた多孔質ガラス母材を脱水ガス及び／又は不活性ガスの混合ガス雰囲気中で回転させながら電気炉内に垂下し、脱水、焼結・ガラス化を行って得られたガラス母材を所望の径に縮径して光ファイバ用プリフォームとした後、このプリフォームを高温で線引きすることによって製造されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

多孔質ガラス母材の脱水、焼結・ガラス化工程は、一般的に縦型の電気炉を用い、脱水ガス及び／又は不活性ガスからなる混合ガス雰囲気中で、多孔質ガラス母材を回転させながら加熱することにより行なわれる。電気炉での加熱は、一般的に多孔質ガラス母材の上部を支持し、電気炉ヒータ内に回転させつつ下降させて行なわれる。

しかし、多孔質ガラス母材上部の回転機構部で把持された位置から下端までの長さが極めて長いため、多孔質ガラス母材が僅かでもその重心位置からズレて把持されていると、回転によって多孔質ガラス母材自身が特定の一方方向に振れ回る現象が発生し、これを完全に阻止することは困難である。

#### 【 0 0 0 4 】

ガラス化工程において振れ回り現象が生じると、多孔質ガラス母材のガラス化速度が特定の半径方向に不均一となり、ガラス母材のコアに偏芯が発生し、接続ロスが大きくなるなど製品に重大な欠陥を生じさせる。この偏芯現象が生じる場合、製造された光ファイバ用ガラス母材そのものが真円でなくなる非円化現象を生じることも多く、さらに、光学特性上重大な欠陥を生じ、歩留低下に結びつく。

#### 【 0 0 0 5 】

本発明は、これらの問題点を解決するためになされたものであり、多孔質ガラス母材の振れ回り現象が発生しても、コアの偏芯や光ファイバ用ガラス母材の非円化現象を生じることなくガラス化でき、高い歩留でガラス母材を製造することのできる光ファイバ用ガラス母材の製造方法を提供することを目的としている。

#### 【 0 0 0 6 】

##### 【課題を解決するための手段】

そこで本発明者等は、上記課題を解決するため鋭意検討を重ねた結果、多孔質ガラス母材のガラス化工程でのガラス母材のコアの偏芯やガラス母材の非円化現象が、多孔質ガラス母材の径と、これを加熱・ガラス化するために、特に電気炉内に配設される筒状のヒータの内径に大きく影響を受けることを見出し、本発明を完成した。

#### 【 0 0 0 7 】

すなわち、本発明は、光ファイバ用多孔質ガラス母材を脱水ガス及び／又は不活性ガスの混合ガス雰囲気中で回転させながら円筒状のヒータ内で加熱し、脱水、焼結・ガラス化を行う光ファイバ用ガラス母材の製造方法において、該多孔質ガラス母材の外径 $d$ と該ヒータの内径 $D$ との比が $0.5 \leq d/D \leq 0.9$ であることを特徴とする光ファイバ用ガラス母材の製造方法である。なお、ここで $d$ は、多孔質ガラス母材の太径部の外径を示す。

また、この場合、多孔質ガラス母材の外径 $d$ と該ヒータの全長 $L$ との比が $0.5 \leq d/L \leq 0.9$ であることが好ましい。

なお、多孔質ガラス母材の脱水、焼結・ガラス化は、ヒータの内側に炉芯管を備えた加熱装置内で行うのが好ましい。

#### 【0008】

##### 【発明の実施の形態】

本発明の製造方法を図を用いてさらに詳細に説明する。

図1は、光ファイバ用多孔質ガラス母材を脱水、焼結・ガラス化する装置の一例を示す概略縦断面図である。図において、ガラス母材製造装置1には、多孔質ガラス母材2が軸棒3に連結され蓋4を貫通して炉芯管5内に垂下されている。軸棒3に繋がれたモータ6には、降下速度制御装置7が接続されている。

#### 【0009】

炉芯管5の外周には、多孔質ガラス母材2を焼結するための加熱炉8が配置され、加熱炉8内には筒状のヒータ9が設置されている。炉内の温度は、図示を省略した温度センサを介して温度制御装置10によって制御される。炉芯管5の下方には、ガス導入管11が接続され、炉芯管5の上方に設けられた排気管12から排気されるようになっている。

このガラス母材製造装置1を用いて、後述する実施例1のようにして多孔質ガラス母材2のガラス化工程が行なわれる。

#### 【0010】

図2は、多孔質ガラス母材2とヒータ9の関係を示す概略図である。本発明は、多孔質ガラス母材2の外径 $d$ とヒータ9の内径 $D$ との比 $d/D$ を $0.5 \sim 0.9$ の範囲、より好ましくは $0.6 \sim 0.8$ の範囲とするものである。

$d/D$ が0.5未満では、半径方向の温度勾配の大きな場所で焼結することになり、僅かな多孔質ガラス母材2の振れ回りによって、多孔質ガラス母材2の円周方向に温度差が大きくなってガラス化が不均一となり、コアの偏芯が発生する。

他方、ヒータ9の内径 $D$ が相対的に小さくなり、 $d/D$ が0.9を超えると、多孔質ガラス母材の振れ回り時にヒータに接触する虞がある。つまり、ヒータ9あるいは炉芯管5に多孔質ガラス母材2が接触しやすくなるという問題を生じる。

#### 【0011】

また、多孔質ガラス母材2の外径 $d$ とヒータ9の全長 $L$ との比 $d/L$ が0.5未満では、ヒータ及び断熱材、冷却系など加熱炉の付帯設備が大きくなり、コストアップとなる。

他方、ヒータ9の全長 $L$ が相対的に短くなりすぎて $d/L$ が0.9を超えると、多孔質ガラス母材中の軸方向への伝熱が不十分となり、その中心部の透明ガラス化が不十分となる。従って、 $d/L$ は0.5～0.9の範囲とされる。好ましくは0.6～0.8の範囲である。

#### 【0012】

このような製造装置を用いて、ヒータの半径方向への温度勾配が緩やかなヒータに近い部分でガラス化を行えば、特定の半径方向でガラス化速度が不均一になる現象を抑制することができ、設備生産性を低下させることなく、ガラス母材のコアの偏芯やガラス母材の非円化現象を抑制出来、歩留向上を実現することができる。

#### 【0013】

なお、本発明の製造方法は、外付けCVD法で製造された多孔質ガラス母材の脱水、焼結・ガラス化はもとより、気相軸付け法で形成したコアやクラッドの脱水、焼結・ガラス化に用いることもできる。

#### 【0014】

#### 【実施例】

(実施例1～3、比較例1)

図 1 に示した製造装置を用いて、表 1 に示した外径を有し、長さ 3,000 mm の各光ファイバ用多孔質ガラス母材について、次のようにしてガラス化を行った。

まず、気相軸付け法によりコアとクラッドを形成した後、そのクラッド外周に外付け CVD 法によりクラッドをさらに成長させて製造した多孔質ガラス母材を、炉心管内に垂下した。

#### 【0015】

次いで、脱水反応用ガスである塩素ガスとヘリウムガスの混合ガス（塩素ガス体積 = 30 Vol%）をガス導入管から炉心管内に 10 L/分の流量で導入した後、降下速度制御装置でモータの回転数を制御して多孔質ガラス母材を 1.2 mm/分の降下速度で回転させながら降下し、ヒータの温度を温度制御装置の比例積分微分動作（PID 動作）で 1,600℃ に制御して加熱した。

#### 【0016】

多孔質ガラス母材が降下ストロークの 50% の位置まで降下したところで、降下速度を 2.0 mm/分に変更した。さらに、多孔質ガラス母材が降下ストロークの 75% の位置まで降下したところで、降下速度を 3.0 mm/分に変更し、かつヒータの温度を 1,630℃ に上げて焼結を行ない、光ファイバ用ガラス母材を製造した。

#### 【0017】

このようにして得られた光ファイバ用ガラス母材の表面を円筒研削した後、電気炉にて外径 60 mmφ に延伸して光ファイバ用プリフォームとし、これを線引き機で紡糸し、外径 125 μm の光ファイバを得た。この光ファイバのコア部偏芯率を光ファイバ構造測定装置（「Model 2400」、Photon Kinetics 社製）により測定した。測定結果を表 1 に示す。

この結果、表 1 から明らかなように、 $d/D$  及び  $d/L$  が上記範囲内にある実施例 1～3 の光ファイバ用ガラス母材から得られた光ファイバのコア部偏芯率は 0.30% 以下であり、優れた特性を示すことが分かった。

#### 【0018】



【表 1】

	d (mm)	D (mm)	L (mm)	d/D	d/L	光ファイバのコ ア部偏芯率 (%)
実施例 1	3 0 0	4 0 0	4 0 0	0. 7 5	0. 7 5	0. 2 4
実施例 2	2 6 0	4 0 0	4 0 0	0. 6 5	0. 6 5	0. 3 0
実施例 3	3 2 0	4 0 0	4 0 0	0. 8 0	0. 8 0	0. 1 5
比較例 1	1 8 0	4 0 0	4 0 0	0. 4 5	0. 4 5	0. 7 5

【 0 0 1 9 】

【発明の効果】

本発明を採用することによって、光ファイバ用ガラス母材としてコアの偏芯率が極めて小さく、光ファイバ用として優れた光学特性を有し、設備生産性を低下させることなく、歩留向上が実現できる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の製造方法で用いる装置の一例を示す概略縦断面図である。

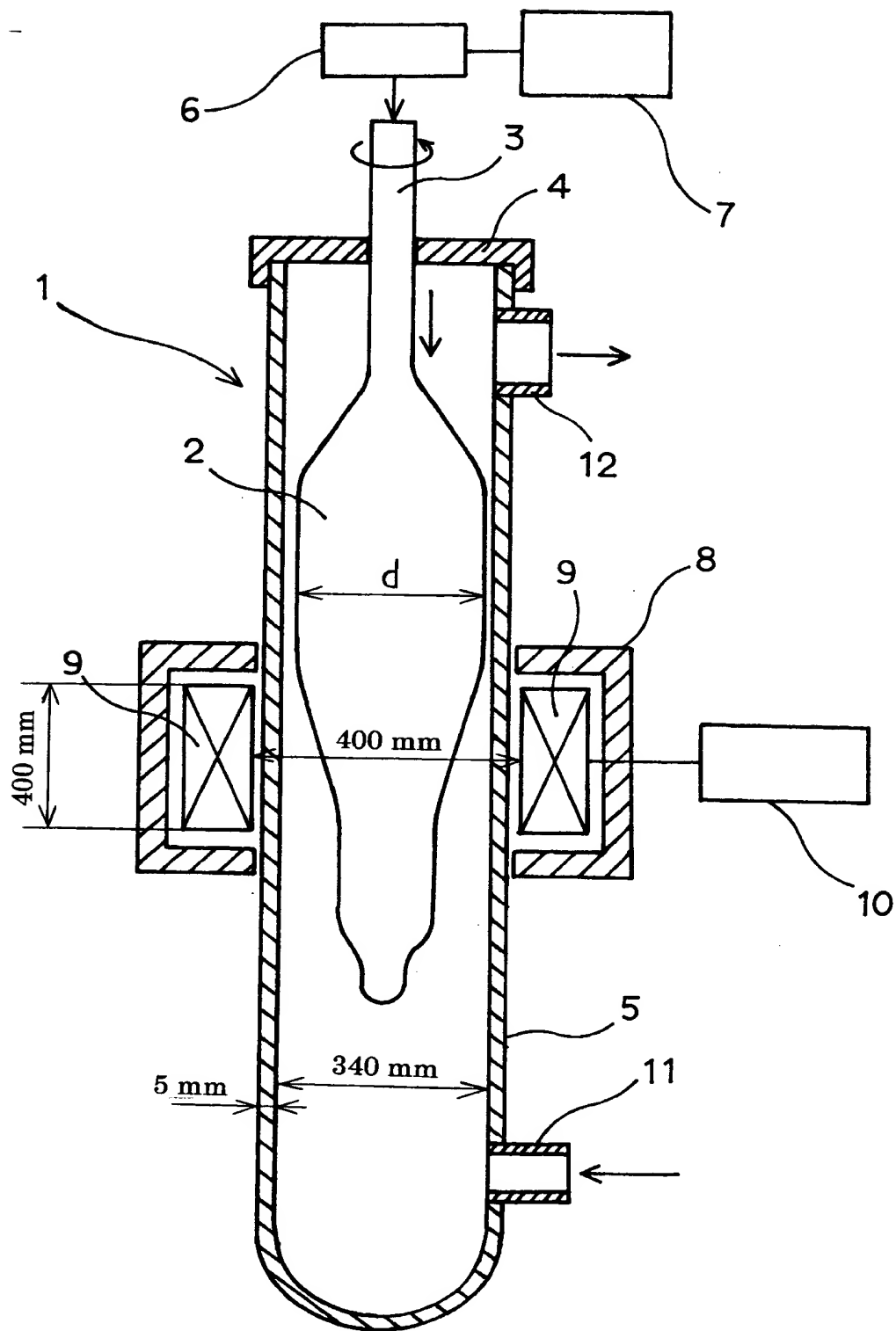
【図 2】 多孔質ガラス母材とヒータの関係を示す概略図である。

【符号の説明】

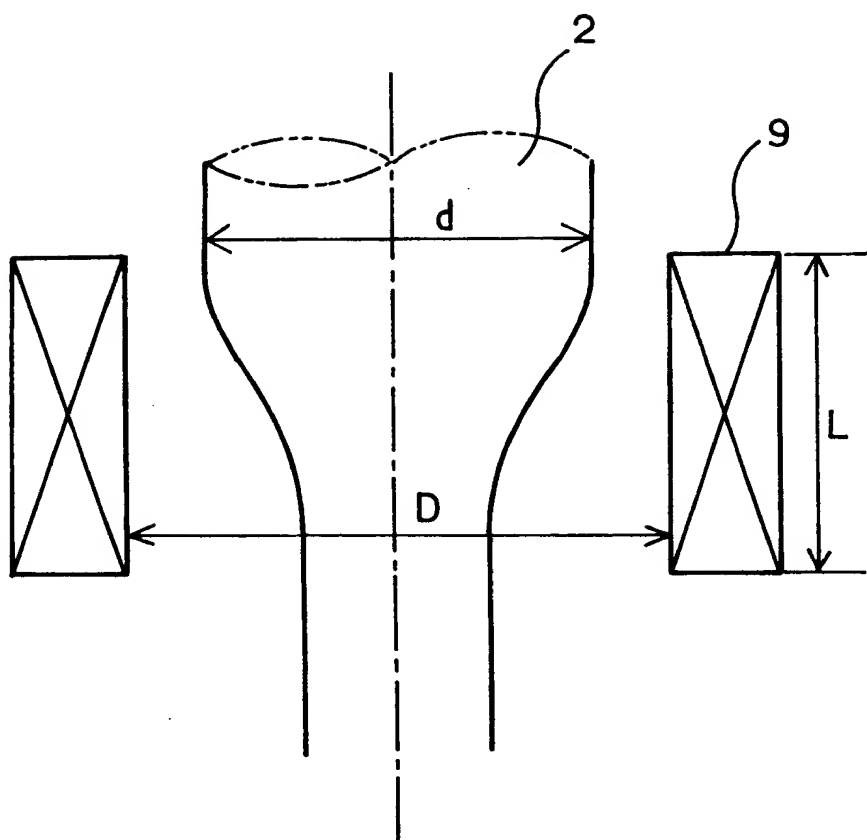
1. ガラス母材製造装置
2. 多孔質ガラス母材
3. 軸棒
4. 蓋
5. 炉心管
6. モータ
7. 降下速度制御装置
8. 加熱炉
9. ヒータ
- 1 0. 温度制御装置
- 1 1. ガス導入管
- 1 2. 排気管

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 多孔質ガラス母材のガラス化工程において、多孔質ガラス母材の振れ回り現象が発生しても、コアの偏芯や光ファイバ用ガラス母材の非円化現象を生じることなくガラス化でき、高い歩留でガラス母材を製造することのできる光ファイバ用ガラス母材の製造方法を提供する。

【解決手段】 光ファイバ用多孔質ガラス母材 2 を脱水ガス及び／又は不活性ガスの混合ガス雰囲気中で回転させながら円筒状のヒータ 9 内で加熱し、脱水、焼結・ガラス化を行う光ファイバ用ガラス母材の製造方法において、該多孔質ガラス母材 2 の外径  $d$  と該ヒータ 9 の内径  $D$  との比が  $0.5 \leq d/D \leq 0.9$  であることを特徴としている。

【選択図】 図 2

認 定 ・ 付 加 情 報

特許出願の番号	特願 2 0 0 0 - 3 4 9 5 8 3
受付番号	5 0 0 0 1 4 8 0 4 6 8
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 2 年 1 1 月 1 7 日

< 認定情報 ・ 付加情報 >

【提出日】	平成12年11月16日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002060]

1. 変更年月日 1990年 8月22日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 東京都千代田区大手町二丁目6番1号  
氏 名 信越化学工業株式会社